

(7)

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
3. Januar 2003 (03.01.2003)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 03/000760 A1

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: C08F 292/00

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP02/06545

(22) Internationales Anmeldedatum:
14. Juni 2002 (14.06.2002)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
101 29 537.5 21. Juni 2001 (21.06.2001) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): BASF AKTIENGESELLSCHAFT [DE/DE]; 67056 Ludwigshafen (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): XUE, Zhijian [CN/DE]; Prinzregentenstr. 32, 67063 Ludwigshafen (DE). WIESE, Harm [DE/DE]; Langewann 1, 69121 Heidelberg (DE).

(74) Gemeinsamer Vertreter: BASF AKTIENGESELLSCHAFT; 67056 Ludwigshafen (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING AN AQUEOUS DISPERSION OF PARTICLES COMPOSED OF A POLYMER AND A FINE-PARTICLE INORGANIC SOLID

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINER WÄSSRIGEN DISPERSION VON AUS POLYMERISAT UND FEINTEILIGEM ANORGANISCHEM FESTSTOFF AUFGEBAUTEN PARTIKELN

(57) Abstract: The invention relates to a method for producing an aqueous dispersion of particles (composite particles) composed of a polymer and a fine-particle inorganic solid. According to said method, at least one ethylenically unsaturated monomer is dispersed in an aqueous medium and is polymerized using at least one radical polymerization initiator in the presence of at least one dispersed, fine-particle inorganic solid and at least one anionic, cationic, non-ionic dispersant, in accordance with the radical aqueous emulsion polymerization method. In said method, a) a stable aqueous dispersion of the inorganic solid(s) is used, said dispersion being characterized in that it has an initial concentration of ≥ 1 wt. %, (in relation to the aqueous dispersion of the inorganic solid(s)) and that one hour after production it still retains a dispersion of 90 wt. % of the original dispersed solid, the solid particles of said stable aqueous dispersion having a diameter ≤ 100 nm, b) the dispersed solid particles of the inorganic solid(s) exhibit an electrophoretic mobility that is not equal to zero in a standard aqueous potassium chloride solution, at a pH value that corresponds to the pH value of the aqueous reaction medium prior to the addition of the dispersant, c) at least one anionic, cationic, non-ionic dispersant is added to the aqueous solid particle dispersion prior to the addition of the ethylenically unsaturated monomers, d) between 0.01 and 30 wt. % of the total quantity of the monomer(s) is then added to the aqueous solid particle dispersion and is polymerized up to a conversion rate of at least 90 %, e) the residue of the monomer(s) is subsequently added under polymerization conditions, according to use.

(57) Zusammenfassung: Verfahren zur Herstellung einer wässrigen Dispersion von aus Polymerisat und feinteiligem anorganischem Feststoff aufgebauten Partikeln (Kompositpartikel), bei dem wenigstens ein ethylenisch ungesättigtes Monomer in wässrigem Medium dispers verteilt und mittels wenigstens eines radikalischen Polymerisationsinitiators im Beisein wenigstens eines dispers verteilten, feinteiligen anorganischen Feststoffes und wenigstens eines anionischen, kationischen und nichtionischen Dispergiermittels nach der Methode der radikalisch wässrigen Emulsionspolymerisation polymerisiert wird, wobei a) eine stabile wässrige Dispersion des wenigstens einen anorganischen Feststoffes eingesetzt wird, welche dadurch charakterisiert ist, dass sie bei einer Anfangsfeststoffkonzentration von ≥ 1 Gew.-%, bezogen auf die wässrige Dispersion des wenigstens einen anorganischen Feststoffs, noch eine Stunde nach ihrer Herstellung mehr als 90 Gew.-% des ursprünglich dispergierten Feststoffes in dispergierter Form enthält und deren dispergierte Feststoffteilchen einen Durchmesser ≤ 100 nm aufweisen, b) die dispergierten Feststoffteilchen des wenigstens einen anorganischen Feststoffs in einer wässrigen Standard-Kaliumchlorid-Lösung bei einem pH-Wert, der dem pH-Wert des wässrigen Reaktionsmediums vor Beginn der Zugabe der Dispergiermittel entspricht, eine von Null verschiedene elektrophoretische Mobilität zeigen, c) die wässrige Feststoffteilchendispersion vor Beginn der Zugabe des wenigstens einen ethylenisch ungesättigten Monomeren mit wenigstens einem anionischen, kationischen und nichtionischen Dispergiermittel versetzt wird, d) danach 0,01 bis 30 Gew.-% der Gesamtmenge des wenigstens einen Monomeren der wässrigen Feststoffteilchendispersion zugesetzt und bis zu einem Umsatz von wenigstens 90% polymerisiert wird und e) danach anschliessend die Restmenge des wenigstens einen Monomeren unter Polymerisationsbedingungen nach Massgabe des Verbrauchs zugegeben wird.

WO 03/000760 A1